

PRODUKTY CHEMICZNE NIEORGANICZNE	NORMA BRANŻOWA						BN-78		
	Tiosiarczan sodowy krystaliczny techniczny						6016-59		
							Grupa katalogowa X 14		

### 1. WSTĘP

Przedmiotem normy jest tiosiarczan sodowy krystaliczny techniczny o wzorze  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , stosowany jako środek redukujący głównie we włókiennictwie oraz jako składnik roztworów fotograficznych.

### 2. PODZIAŁ I OZNACZENIE

**2.1. Gatunki.** W zależności od zawartości  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  i zanieczyszczeń rozróżnia się 3 gatunki tiosiarczanu sodowego technicznego: gatunek specjalny oznaczony literą S oraz dwa gatunki oznaczone kolejnymi cyframi rzymskimi: I i II.

**2.2. Klasy.** W zależności od wielkości kryształów rozróżnia się trzy klasy tiosiarczanu sodowego:

- 1 klasa o wielkości kryształów od 3 do 6 mm,
- 2 klasa o wielkości kryształów od 1 do 3 mm,
- 3 klasa o wielkości kryształów poniżej 1 mm.

**2.3. Przykład oznaczenia** tiosiarczanu sodowego krystalicznego technicznego gatunku I klasy 1:

TIOSIARCZAN SODOWY KRYSTALICZNY TECHNICZNY  
I/1 BN-78/6016-59.

### 3. WYMAGANIA

Wymagania podano w tabl. 1.

Tablica 1

Wymagania	Gatunki								
	S			I			II		
	Klasy								
	1	2	3	1	2	3	1	2	3
a) Postać	sypkie, suche kryształy								
b) Barwa	biała						dopuszczalny żółty odcień		
c) Tiosiarczanu sodowego $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , %, co najmniej	99,2			98,5			97,0		
d) Żelaza w przeliczeniu na $\text{FeO}$ , %, najwyżej	0,003						0,005		
e) Siarczku sodowego	nie zawiera								
f) Substancji nierozpuszczalnych w wodzie, %, najwyżej	0,05						0,07		
g) pH roztworu wodnego <sup>1)</sup>	6,5 ÷ 9,0								
h) Uziarnienie:									
— odsiew na sicie o boku oczek kwadratowych 6 mm, %, najwyżej	0	—	—	5	—	—	5	—	—
— odsiew na sicie o boku oczek kwadratowych 3 mm, %, co najmniej	95,0	—	—	90,0	—	—	90,0	—	—
— odsiew na sicie o boku oczek kwadratowych 3 mm, %, najwyżej	—	0	—	—	5	—	—	5	—
— odsiew na sicie o boku oczek kwadratowych 1 mm, %, co najmniej	—	90,0	—	—	90,0	—	—	90,0	—
— odsiew na sicie o boku oczek kwadratowych 1 mm, %, najwyżej	—	—	0	—	—	0	—	—	0

<sup>1)</sup> Oznaczanie wykonuje się tylko dla przemysłu fotochemicznego.

Zgłoszona przez Zjednoczenie Przemysłu Nieorganicznego NIEORGANIKA  
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Nieorganicznego NIEORGANIKA dnia 17 lutego 1978 r. jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1978 r.  
(Dz. Norm. i Miar nr 8/1978 poz. 39)

## 4. PAKOWANIE, PRZECHOWYWANIE I TRANSPORT

**4.1. Pakowanie.** Tiosiarczan sodowy krystaliczny techniczny należy pakować jednostopniowo, a więc bezpośrednio do opakowań transportowych — worków papierowych 6-warstwowych otwartych szytych OS 4 + 2AP wg PN-76/P-79005 o wymiarach  $110 \times 500 \times 100$  mm, lub dwustopniowo, a więc w opakowania jednostkowe — torebki z folii z tworzyw sztucznych pojemności 1, 3, 5 i 10 kg, a te następnie w opakowania transportowe — pudełka tekturowe wg PN-73/O-79401 o wymiarach w mm:  $195 \times 150 \times 50$ ,  $235 \times 225 \times 60$ ,  $325 \times 230 \times 65$  i  $375 \times 275 \times 90$ .

Tiosiarczan sodowy należy pakować w opakowania czyste i suche, które następnie należy zamknąć:

- worki papierowe — wg PN-68/O-79027 p. 6,
- torebki z folii — przez zgrzewanie.

Na każdym opakowaniu transportowym należy umieścić trwały napis zawierający co najmniej:

- a) nazwę i adres wytwórni,
- b) nazwę produktu,
- c) oznaczenie wg 2.3,
- d) datę produkcji,
- e) masę netto,
- f) znak KT.

**4.2. Przechowywanie.** Tiosiarczan sodowy krystaliczny techniczny należy przechowywać w pomieszczeniach czystych i suchych, chroniąc go przed wilgocią i temperaturą powyżej  $45^\circ\text{C}$ .

**4.3. Transport.** Tiosiarczan sodowy krystaliczny techniczny należy przewozić krytymi środkami transportu, z zachowaniem warunków wg 4.2.

## 5. BADANIA

### 5.1. Rodzaje badań

- a) sprawdzenie postaci i barwy (3a i 3b),
- b) oznaczanie zawartości tiosiarczanu sodowego (3c),
- c) oznaczanie zawartości żelaza (3d),
- d) oznaczanie zawartości siarczku sodowego (3e),
- e) oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie (3f),
- f) sprawdzenie pH roztworu wodnego (3g),
- g) oznaczanie uziarnienia (3h).

**5.2. Wielkość partii.** Partię produktu stanowi powyżej 5 000 kg tiosiarczanu sodowego technicznego jednego gatunku, przeznaczony dla jednego odbiorcy.

**5.3. Pobieranie próbek.** Przy pobieraniu próbek należy stosować wytyczne ogólne wg PN-67/C-04500. Z każdej partii przedstawionej do odbioru należy wybrać, w zależności od liczności partii, w sposób losowy liczbę opakowań wg tabl. 2.

Z każdego wylosowanego opakowania należy pobrać dwie próbki pierwotne o masie co najmniej 200 g każda.

Tablica 2

Liczba opakowań w partii sztuk	Liczba opakowań, które należy wybrać do pobrania próbek sztuk
do 15	6
16 ÷ 25	9
26 ÷ 63	12
64 ÷ 160	14
161 ÷ 250	15
251 ÷ 2500	16

Próbki należy pobrać próbnikiem nr 15 lub 16 wg PN-74/C-60008 z całego pionowego przekroju opakowania. Próbki z toreb należy przygotować przez odsypanie odpowiedniej ilości produktu proporcjonalnie do wielkości opakowania. Próbki pierwotne należy zsytać i wymieszać w czystym suchym naczyniu. Z tak otrzymanej próbki ogólnej pobrać średnią próbkę laboratoryjną o masie co najmniej 1,5 kg.

Dalsze postępowanie z próbką — wg PN-67/C-04500. Próbkę do badań rozjemczych należy przechowywać przez 2 miesiące.

### 5.4. Opis badań

**5.4.1. Sprawdzenie postaci i barwy produktu** należy wykonać wzrokowo.

**5.4.2. Oznaczanie zawartości tiosiarczanu sodowego  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$**

#### 5.4.2.1. Odczynniki i roztwory

- a) Fenoloftaleina, roztwór alkoholowy 1-procentowy.
- b) Formalina cz.d.a., roztwór 40-procentowy obojętny wobec fenoloftaleiny.
- c) Jod, roztwór 0,1 N.
- d) Octan sodowy  $\text{NaCH}_3\text{COO}$  cz.d.a., roztwór 40-procentowy obojętny wobec fenoloftaleiny.
- e) Skrobia, roztwór 1-procentowy.

**5.4.2.2. Wykonanie oznaczania.**  $10 \div 12$  g badanego produktu odważonego z dokładnością do 0,001 g rozpuścić w świeżo wygotowanej w ciągu 15 min i ostudzonej bez dostępu dwutlenku węgla wodzie w kolbie pomiarowej pojemności  $500 \text{ cm}^3$ , po czym roztwór dopełnić wodą do kreski i wymieszać.  $25 \text{ cm}^3$  otrzymanego roztworu pobrać pipetą do kolby stożkowej pojemności  $300 \text{ cm}^3$ , dodać  $2 \text{ cm}^3$  roztworu formaliny i zatkać kolbę korkiem. Po upływie 5 min roztwór zobojętnić wobec fenoloftaleiny, dodając po kropli roztworu octanu sodowego, po czym dodać jeszcze  $10 \text{ cm}^3$  tego roztworu i miareczkować 0,01 N roztworem jodu wobec skrobi do otrzymania niebieskiego zabarwienia, nie znikającego w ciągu minuty.

Zawartość tiosiarczanu sodowego  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  ( $X_1$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{V \cdot 0,02482 \cdot 500 \cdot 100}{25 \cdot m} = \frac{49,64 \cdot V}{m} \quad (1)$$

w którym:

$V$  — objętość 0,1N roztworu jodu zużytego do miareczkowania,  $\text{cm}^3$ ,

$m$  — odważka badanego tiosiarczanu, g,  
0,02482 — ilość tiosiarczanu sodowego  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$   
odpowiadająca  $1 \text{ cm}^3$  0,1N roztworu jodu, g.

**5.4.2.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się o 0,3%.

**5.4.3. Oznaczanie zawartości żelaza w przeliczeniu na FeO**

**5.4.3.1. Aparatura, przyrządy i materiały** — wg PN-75/C-04521/02 p. 3.

**5.4.3.2. Odczynniki i roztwory** — wg PN-75/C-04521/02 p. 4 oraz

a) Kwas azotowy cz.d.a. (1,4).

b) Kwas solny cz.d.a. (1,19).

**5.4.3.3. Przygotowanie krzywej wzorcowej** wykonać wg PN-75/C-04521/02 p. 6, odmierzając kolejno ilości roztworu wzorcowego roboczego 0, 3, 5, 10, 25, 50  $\text{cm}^3$ . Jako odnośnik stosować roztwór sporządzony ze stosowanych odczynników.

**5.4.3.4. Wykonanie oznaczania.** Odważyć 2 g badanego tiosiarczanu sodowego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 50  $\text{cm}^3$  wody destylowanej w zlewce pojemności 250  $\text{cm}^3$ , dodać 8  $\text{cm}^3$  kwasu solnego (1,19) i ogrzewać do łagodnego wrzenia (usunięcie par  $\text{SO}_2$ ). Roztwór ostudzić i dodać 20  $\text{cm}^3$  kwasu azotowego (1,4), odparować do sucha na łaźni piaskowej przykrytej azbestem. Pozostałość rozpuścić w 20  $\text{cm}^3$  wody, dodać 2  $\text{cm}^3$  kwasu solnego (1,19) i ponownie odparować do sucha. Pozostałość po lekkim ochłodzeniu rozpuścić w 25  $\text{cm}^3$  wody, przesączyć przez twardy sączek do kolby pomiarowej pojemności 100  $\text{cm}^3$ . Pozostałość na sączku przemyć wodą porcjami w takiej ilości, aby objętość przesączu w kolbie wynosiła około 60  $\text{cm}^3$ . Doprowadzić pH roztworu do około 3 (wobec papierka uniwersalnego), dodając kroplami hydroksyloaminy i po 3 min dodać ponownie roztwór amoniaku (do uzyskania pH około 4), 10  $\text{cm}^3$  roztworu kwasu cytrynowego, 5  $\text{cm}^3$  roztworu 2,2'-dwupirydylu, dopełnić kolbę do kreski wodą i dobrze wymieszać. Po 30 min przelać roztwór do kuwety o grubości warstwy 1 cm i zmierzyć absorbancję przy długości fali 522 nm.

Z tej samej ilości odczynników i w ten sam sposób, jak przygotowaną próbkę badaną, przygotować próbkę kontrolną i wykonać pomiar na zawartość w niej żelaza. Od otrzymanej zawartości żelaza w próbce badanej odjąć zawartość żelaza otrzymaną w próbce kontrolnej.

Zawartość żelaza w przeliczeniu na FeO w procentach ( $X_2$ ) obliczyć wg wzoru

$$X_2 = \frac{a \cdot 1,2865 \cdot 100}{m \cdot 1000} = \frac{a \cdot 0,12865}{m} \quad (2)$$

w którym:

$a$  — zawartość żelaza w badanej próbce odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

$m$  — odważka badanej próbki, g,

1,2865 — współczynnik przeliczeniowy Fe na FeO.

**5.4.4. Sprawdzenie nieobecności siarczku sodowego**

**5.4.4.1. Odczynniki i roztwory.** Tlenek ołowiu, roztwór zasadowy: do 10-procentowego roztworu octanu ołowiu dodać tyle 10-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego, aby wytrącony początkowo osad uległ rozpuszczeniu.

**5.4.4.2. Wykonanie oznaczania.** Około 1 g badanego produktu odważonego z dokładnością do 0,01 g rozpuścić w 10  $\text{cm}^3$  wody i dodać kilka kropli zasadowego roztworu tlenku ołowiu. W ciągu ninuty nie powinna nastąpić zmiana zabarwienia ani ściemnienie roztworu.

**5.4.5. Oznaczanie zawartości substancji nierozpuszczalnych w wodzie**

**5.4.5.1. Odczynniki i roztwory**

a) Jod cz.d.a., roztwór 1-procentowy.

b) Skrobia, roztwór 1-procentowy.

**5.4.5.2. Wykonanie oznaczania.** 20 g badanego tiosiarczanu sodowego, odważonego z dokładnością do 0,01 g, rozpuścić w 200  $\text{cm}^3$  wody.

Otrzymany roztwór przesączyć przez sączek szklany z dnem porowatym G3 lub G5. Osad na sączku przemyć wodą aż do zaniku reakcji na jon tiosiarczanowy  $\text{S}_2\text{O}_3$  (do kilku  $\text{cm}^3$  wody z przemycia spływającej z lejka dodaje się kroplę roztworu jodu i skrobi; nieznikanie niebieskiego zabarwienia świadczy o nieobecności tiosiarczanu). Sączek wysuszyć w temperaturze 105 °C do stałej masy.

Zawartość substancji nierozpuszczalnych w wodzie ( $X_3$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \quad (3)$$

w którym:

$m_1$  — masa wysuszonej pozostałości, g,

$m$  — odważka badanego produktu, g.

**5.4.5.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń różniących się najwyżej o 0,01%.

**5.4.6. Oznaczanie pH roztworu wodnego**

**5.4.6.1. Wykonanie oznaczania.** W 80  $\text{cm}^3$  przegotowanej i ostudzonej wody destylowanej rozpuścić  $5 \pm 0,1$  g badanego tiosiarczanu sodowego krystalicznego, następnie uzupełnić roztwór wodą taką samą, jaką użyto do rozpuszczania do objętości 100  $\text{cm}^3$ , i dobrze wymieszać.

Oznaczanie pH tak przygotowanego roztworu należy wykonać pehametrem.

**5.4.6.2. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych oznaczeń, różniących się najwyżej o 0,1.

**5.4.7. Oznaczanie uziarnienia**

**5.4.7.1. Przyrządy**

a) Laboratoryjne urządzenie do mechanicznego przesiewania.

b) Komplet sit kontrolnych o wymiarach boków kwadratowych 6 mm, 3 mm i 1 mm.

c) Pojemniki do gromadzenia odsiewu.

d) Waga techniczna określająca masę z dokładnością do 0,01 g.

**5.4.7.2. Wykonanie oznaczania.** Czyste i suche sita należy ułożyć kolejno jedno na drugim tak, aby obudowy poszczególnych sit przylegały do siebie i pod dolne sito włożyć denko. Zestaw sit umieścić w urządzeniu do przesiewania. Na górne sito przenieść bez strat odważony materiał ziarnisty w ilości 100 g. Pozostałość z poszczególnych sit przenieść ilościowo na wyczyszczone i zważone pojemniki, a następnie zważyć je wraz z zawartością, z dokładnością do 0,01 g. Dopuszczalna strata — nie większa niż 2% odważki.

Zawartość poszczególnych odsiewów ( $X_4$ ) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_4 = \frac{m \cdot 100}{m_1} \quad (4)$$

w którym:

$m$  — masa odsiewu, g,

$m_1$  — odważka tiosiarczanu sodowego krystalicznego, g.

**5.4.7.3. Wynik.** Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników co najmniej dwóch równoległych badań spełniających wymagania wg PN-71/C-04501 p.4.3.3.

K O N I E C

### INFORMACJE DODATKOWE

**1. Instytucja opracowująca normę** — Zakłady Tworzyw Sztucznych NITRON-ERG, Zakład Zamiejscowy w Częstochowie.

**2. Istotne zmiany w stosunku do PN-58/C-84044.** Usunięto III gatunek tiosiarczanu sodowego.

Dotychczas obowiązujące PN-58/C-84044 i PN-62/C-99060 zostają unieważnione z dniem 1 października 1978 r.

#### 3. Normy związane

PN-67/C-04500 Produkty chemiczne. Wytyczne pobierania i przygotowania próbek

PN-71/C-04501 Analiza sitowa. Wytyczne wykonania

PN-75/C-04521/02 Analiza chemiczna. Oznaczanie małych zawar-

tości żelaza metodą kolorymetryczną z zastosowaniem 2,2'-dwi-pirydyli

PN-74/C-60008 Próbki do pobierania próbek produktów bezkształtnych

PN-68/O-79027 Opakowania transportowe. Worki papierowe. Szeregi wymiarowe

PN-73/O-79401 Opakowania jednostkowe kartonowe i tekturowe. Pudełka

PN-76/P-79005 Opakowania transportowe. Worki papierowe

**4. Symbol wg SWW** — 1222-521 i 1222-522.

**5. Autor projektu normy** — mgr inż. Jan Bednarek.